Procedimiento operativo para la calibración del instrumental destinado a la medida de la contaminación atmosférica en campo

PR-04-RCCAVA-LE

Sección 5.6

Versión	Fecha de aprobación	Modificaciones
1	20-12-2002	• Actualización completa de la documentación existente a la norma UNE-EN-ISO/IEC 17025:2000
2		• Adaptación del documento al nuevo organigrama. • Eliminación de la fecha de comienzo de redacción del documento. • Inclusión de la fecha de aprobación en la tabla registro de modificaciones. • Modificación del apartado: Descripción de las instrucciones que desarrollan este procedimiento. • Modificación del anexo: Plan de calibraciones de equipos destinados a calibración.

Redactado por	Revisado por	Aprobado por
Director de Calidad	Subdirectora Técnica	Director Técnico
Onofre Carlos González Marcos	Carmen Atienza Peral	José Carlos García Pérez
fecha:	fecha:	fecha:

(esta página ha sido dejada intencionadamente en blanco)

INDICE

1. Objeto 5
2. Alcance 5
3. Documentación de referencia 5
4. Definiciones 7
5. Requisitos 12
   5.1 Estado óptimo del analizador de gases. 12
   5.2 Planificación de calibraciones 12
   5.3 Descripción de las instrucciones que desarrollan este procedimiento. 12
6. Registros 13
7. Instrucciones técnicas relacionadas 13
8. Anexos 14
   Anexo I : Plan anual de calibraciones de equipos analizadores situados en estaciones.
   Anexo II: Plan anual de calibraciones de equipos destinados a calibración.

(esta página ha sido dejada intencionadamente en blanco)

1. Objeto

Este procedimiento, comprende las definiciones e instrucciones técnicas a utilizar en las operaciones de calibración del instrumental utilizado en la medida de la determinación másica de contaminantes en el aire ambiente y en la determinación de la temperatura ambiental dentro de las estaciones de medida.

2. Alcance

Este procedimiento define los términos y características de actuación en la calibración del instrumental para: 1º la medida o determinación másica de contaminantes en el aire ambiente dentro de la Red de Control de la Contaminación Atmosférica. 2º en la medida de la temperatura dentro de las estaciones de medida. El procedimiento sirve para determinar los pasos y actuaciones de calibración mediante la aplicación de instrucciones técnicas específicas para cada instrumento desarrolladas aparte.

3. Documentación de referencia

UNE-EN ISO/IEC 17025 - Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

UNE 77207 - Calidad del aire. Características de funcionamiento y conceptos relacionados para los métodos de medida de la calidad del aire.

UNE 77237 - Calidad del aire. Determinación de las características de funcionamiento de los métodos de medida.

UNE 77239 - Calidad del aire. Cálculo de la incertidumbre de un método de medida bajo condiciones de campo, usando un segundo método como referencia.

UNE 82009-2 - Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición. Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición normalizado.

CEA-ENAC-LC/02: Expresión de la incertidumbre de la medida en las calibraciones.

3. 1 Símbolos y abreviaturas

C	Característica de calidad del aire
c	Valor de C
$\hat{c}$	Valor medido de C
C_i	interferencia i-ésima, con y=1,2,3,.....,n
c_i	Valor de C_i
c_0	Valor de la muestra cero de característica de calidad de aire C
c_D	Límite de detección
c_Q	Límite de cuantificación
f	Función analítica
g	Función de calibración
I	Medida de primer orden del valor de selectividad relacionado con la interferencia i-ésima
n	Número total de interferencias consideradas
r	Límite de repetibilidad
R	Límite de reproductibilidad
S	Sensibilidad
X	Variable de salida
x	Valor de X
x_0	Señal de salida de una muestra cero
x_D	Límite de decisión
α,β	Niveles de significación (5% por convenio)

4. Definiciones

Característica de calidad del aire. Cualquiera de las propiedades cuantificadas de una masa de aire objeto de investigación, por ejemplo, la concentración de un constituyente.

Condición límite de operación. Rango de los parámetros físicos y operacionales, en los cuales el método cumple los valores dados de características de funcionamiento con un 95% de probabilidad.

Condiciones de repetibilidad. Condiciones en las que los resultados de análisis independientes son obtenidos con el mismo método, con idéntico material, en el mismo laboratorio, por el mismo operador y utilizando el mismo equipo durante pequeños intervalos de tiempo.

Condiciones de reproducibilidad. Condiciones en las que resultados de ensayo son obtenidos con el mismo método, con idéntico material, en laboratorios diferentes, con diferentes operadores y utilizando diferentes equipos.

Constituyente medido. Componente de la muestra de aire, cuya cantidad va a ser determinada por medida.

Desviación estándar de la repetibilidad. Desviación estándar de los resultados de ensayo obtenidos en condiciones de repetibilidad.

Desviación estándar de la reproducibilidad. Desviación estándar de los resultados de ensayo obtenidos en condiciones de reproducibilidad.

Eficiencia de retención de materia particulada. Cociente entre la cantidad de materia particulada retenida por un instrumento, y la cantidad que entran en él (se expresa generalmente como porcentaje).

Exactitud. Grado de concordancia entre el resultado del ensayo y el valor de referencia aceptado.

Exactitud (métodos de medida de la calidad del aire). Grado de concordancia entre un único valor medido y el valor de la característica de la calidad del aire o el valor de referencia aceptado.

Efecto de memoria. Dependencia temporal de una sería de salida de uno o varios valores previos de las características de la calidad del aire.

Fallo de sistema. Finalización de la capacidad de un sistema[1] de medida para realizar la función requerida.

Función analítica. La inversa de la función de calibración.

Función de calibración. Función[2] que relaciona la variable de salida, X, con la característica de calidad del aire, C, objeto de investigación, obtenida con materiales de referencia, y permaneciendo todas las interferencias, C_i, constantes.

$X = g(C, CI, C2 \; .... \; C.)ICI$ = constante, i = 1,2,...n

Si la sensibilidad es constante, la función de calibración será lineal y, $X = C$ * S + constante.

Histéresis[3]. Dependencia de los valores medidos con valores previos de la característica de calidad del aire. Se puede cuantificar por la diferencia entre las medidas en la parte superior e inferior de escala partiendo de valores de medida prefijados más bajos y más altos.

Inestabilidad. Cambio en el valor medido, comprendiendo la deriva y dispersión resultante del cambio en la función de calibración, durante un período dado de operación desatendida, para un valor dado de la característica de calidad del aire. La deriva y dispersión representan el cambio monotónico y estocástico con el tiempo, de la señal de salida, respectivamente.

Interferencia. Componente de la muestra de aire, excluyendo el constituyente medido, que afecta a la señal de salida.

Lectura del blanco. Señal de salida para una muestra cero.

---

[1] Cualquier sistema es un conjunto de instrumentos y componentes que están unidos eléctrica y mecánicamente para realizar una función específica. Los fallos del sistema pueden por tanto ser definidos como el proceso que ocurre cuando las características operacionales de un componente o un grupo de componentes, cambian hasta el punto que el sistema no puede realizar satisfactoriamente su función.

[2] La función de calibración puede ser estimada por análisis de regresión

[3] Generalmente, no se da la medida de la histéresis. Los efectos de histéresis se toman generalmente en cuenta llevando sistemáticamente secuencias de medidas en la parte superior e inferior de escala, durante los experimentos de calibración. la presencia de histéresis se incorpora a la varianza observada de las variables de salida.

Límite de cuantificación. Valor de la característica de calidad del aire por encima del cual los valores de la señal de salida medida excederán el límite de decisión con una probabilidad 1-β de al menos el 95 %.

Límite de decisión. Valor de la señal de salida por encima del cual se puede afirmar que la muestra medida es diferente de una muestra cero[4] con una probabilidad 1-α de al menos el 95%.

Límite de detección[5]. Valor de la característica de calidad del aire considerada de acuerdo al límite de decisión, utilizando la función de calibración.

Límite de reproducibilidad[6]. Valor menor o igual esperado con una probabilidad del 95%, de la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo obtenidos en condiciones de reproducibilidad.

Límite superior de medida. El valor más alto de la característica de calidad del aire que puede ser medido dentro de los límites[7] determinados de las características de funcionamiento.

Límite de repetibilidad[8]. Valor menor o igual, esperado con una probabilidad del 95%, de la diferencia absoluta entre dos resultados de ensayo obtenidos en condiciones de repetibilidad.

Material de Referencia (MR). Material o sustancia en las que una o más propiedades son lo suficientemente homogéneas y están bien establecidas para su uso en la calibración de un aparato, la evaluación de un método de medida o la asignación de valores a materiales.

---

[4] Una muestra cero tiene una probabilidad del 5% de producir una señal de salida por encima del límite decisión.

[5] Antiguamente se definía como "límite inferior de detección". Cuando, en una muestra, el valor de la característica de calidad del aire está en el límite de detección, el 50% de los valores de la señal de salida medidos excederán el límite de decisión, asumiendo que la distribución es simétrica.

[6] El símbolo utilizado es R

[7] El intervalo entre el límite de cuantificación y el límite superior de medida es el intervalo dinámico del instrumento.

[8] El símbolo utilizado es r

Material de referencia (MR). (Métodos de medida de la calidad del aire). Sustancia o mezcla de sustancias, cuya composición es conocida dentro de límites específicos y una o más de sus propiedades están suficientemente bien establecidas durante un período de tiempo dado para ser utilizadas para la calibración de un aparato, la evaluación de un método de medida o la asignación de valores a materiales.

Método[9]. Procedimiento para el muestreo y determinación de una o más características de la calidad del aire. Su exactitud es establecida usando, tanto material de referencia como procedimientos de referencia.

Muestra cero. Sustancia o mezcla de sustancias que se asemejan, lo más posible, a la matriz de la muestra de aire analizada, pero caracterizada por un valor de la característica de calidad de aire que no es detectado por el método utilizado. En la práctica, el valor de la característica de la calidad del aire se considera que es cero.

Muestra de aire. Cantidad de aire, que se asume es representativa de la masa de aire objeto de investigación y que es examinada para las características de la calidad del aire.

Período de operación desatendido. Intervalo de tiempo máximo admisible para el cual las características de funcionamiento permanecerán dentro de un intervalo predefinido sin mantenimiento externo, por ejemplo, relleno, calibración o ajuste.

Precisión. Grado de concordancia entre los resultados obtenidos aplicando el procedimiento experimental repetidas veces, en condiciones determinadas. (UNE 4070).

Procedimiento de referencia. Conjunto de operaciones teóricas y prácticas para determinar una o más características de calidad del aire, cuando no es práctico producir un material de referencia. El resultado obtenido es definido como la medida de la característica de calidad del aire.

Punto de corte (para materia particulada). Tamaño de partículas, para el cual, la eficiencia de retención de un dispositivo es menor que un valor prefijado, bajo condiciones definidas.

Repetibilidad. Precisión bajo condiciones de repetibilidad.

Reproducibilidad. Precisión bajo condiciones de reproducibilidad.

---

[9] Dos o más métodos son considerados equivalentes si los valores de sus características de funcionamiento, estadística y funcional; por ejemplo, sesgo, precisión o sensibilidad, se encuentran dentro de límites y tolerancias mínimos definidos, en presencia de interferencias determinadas y en condiciones de operación prefijadas

Resolución de la medida. Diferencia mínima entre dos valores de una característica de calidad del aire, que puede distinguirse con el 95% de probabilidad, por mediciones.

Señal de salida. Valor de la variable de salida de un sistema de medida obtenido como una respuesta a un valor de la característica de calidad de¡ aire.

Sesgo (métodos de medida de la calidad del aire). Desviación apreciable entre el valor medido y el valor de la característica de calidad del aire o el valor de referencia aceptado.

Tiempo de respuesta. Tiempo que requiere un instrumento para responder a un cambio brusco en el valor de la característica de calidad del aire. Es la suma del tiempo de retardo y el tiempo de subida (modo de subida) o el tiempo de retardo y el tiempo de bajada (modo de bajada).

Tiempo de retardo. Tiempo requerido para que la señal de salida alcance el 10% del cambio final en la lectura.

Tiempo de subida (tiempo de bajada). Tiempo requerido para que la lectura pase desde el 10% al 90%" del cambio final en la lectura de la señal de salida. Para instrumentos donde tienen lugar oscilaciones transitorias al acercarse a la lectura final de la señal de salida, el tiempo de subida (tiempo de bajada) es el tiempo requerido para que la lectura del instrumento pase del **10%** del cambio final en la lectura del instrumento a que las oscilaciones estén por debajo del 10% del cambio final en la lectura del mismo.

Tiempo operativo. Porcentaje de tiempo, para el cual se obtienen registros válidos de un sistema de medida.

Tiempo medio hasta avería. Vida media de un componente que no admite reparación, a menudo se expresa como vida útil o esperada.

Tiempo media entre averías. Media de los tiempos de operación entre averías sucesivas de un sistema de medida

Valor medido. Valor estimado de la característica de calidad del aire, derivado de una señal de salida, Generalmente, requiere cálculos relacionados con el proceso de calibración y conversión a las cantidades requeridas.

5. Requisitos

En las Instrucciones técnicas deben describirse cada una de las etapas del proceso de calibración de cada tipo o clase de instrumento, así como las fichas de calibración a utilizar y la secuencia de pruebas destinadas a garantizar la estabilidad metrológica del instrumento de forma que queden plenamente garantizadas la trazabilidad del instrumental y sus características de funcionamiento de acuerdo con los requisitos establecidos en el manual de calidad y en el procedimiento relativo a la operación y mantenimiento del instrumental PR-03-RCCAVA-LE.

5.1 Estado óptimo del analizador de gases.

Una vez calibrado el equipo y calculada la incertidumbre de la medida, se comprobará que ésta será capaz de proporcionar una exactitud de la medida del equipo de al menos el 15%. Para ello se establecerá una incertidumbre de medida determinada en cada instrucción de calibración.

5.2 Planificación de calibraciones

Las calibraciones necesarias y no automáticas de Nivel correspondiente (ver instrucciones de calibración) serán efectuadas de acuerdo a un programa anual elaborado conjuntamente por la Subdirectora Técnica y el Jefe de Proyecto y de cuyo seguimiento y control se encargará el Director de Calidad conjuntamente con la Subdirectora Técnica. La tabla para el plan de calibración anual se encuentra en el anexo I de este procedimiento operativo.

Serán planificadas calibraciones de nivel 2 para todos los analizadores excepto para el analizador de PM_{10} y $PM_{2,5}$ que serán calibraciones de nivel 1. Esta planificación estará en concordancia con las periodicidades indicadas en las instrucciones técnicas de calibración. Dichas periodicidades serán aprobadas por el Director Técnico al aprobar el presente procedimiento.

5.3 Descripción de las instrucciones que desarrollan este procedimiento.

Las instrucciones técnicas de calibración para cada tipo de instrumento describirán un conjunto de operaciones de carácter metrológico.

Cada tipo o clase de instrumento se someterá como mínimo, a las operaciones de calibración que el fabricante señale en el correspondiente libro de operación y mantenimiento con la regularidad que se indique en dicho libro.

Se podrán definir procedimientos de calibración independientes siempre y cuando engloben a los anteriormente mencionados o quede demostrada su efectividad.

Cada instrumento asociado a una determinada cabina, poseerá su Manual de Usuario así como un libro de operación y mantenimiento que se cumplimentará en todas sus partes y fichas características a cada operación de calibración que se realice.

6. Registros

La documentación generada de las acciones de calibración desarrolladas basándose en este procedimiento y las instrucciones técnicas asociadas, se archivarán y custodiarán, por el Director de Calidad durante al menos cinco años, en soporte informático y en soporte papel.

Para los planes de calibración para cada instrumento, hasta que sean completamente cumplimentados permanecerán con el correspondiente equipo en las cabinas técnicas, encargándose el Responsable u operario de calibración de su custodia y mantenimiento. Una vez cumplimentados se entregarán al Director de Calidad que procederá a su archivo.

7. Instrucciones técnicas relacionadas

IT-CL-01 Instrucción técnica para la calibración de instrumental destinado a la determinación másica de óxidos de azufre en campo.

IT-CL-02 Instrucción técnica para la calibración de las sondas de temperatura destinadas a la medida de la temperatura en el interior de las estaciones de la RCCAVA

IT-CL-03 Instrucción técnica para la calibración de instrumental destinado a la determinación másica de óxidos de nitrógeno.

IT-CL-04 Instrucción técnica para la calibración de instrumental destinado a la determinación másica de ozono en aire ambiente.

IT-CL-05 Instrucción técnica para la calibración de instrumental destinado a la determinación másica de Partículas en suspensión fracciones PM_{10} y $PM_{2.5}$ en el aire ambiente.

IT-CL-06 Instrucción técnica para la calibración de instrumental destinado a la determinación másica de Monóxido de Carbono en el aire ambiente.

IT-CL-07 Instrucción técnica para la calibración de instrumental destinado a la determinación másica de Benceno, Tolueno y Xileno en el aire ambiente.

IT-CL-09 Instrucción técnica para la verificación anual obligatoria de los instrumentos calibrador y generador de aire cero.

8. Anexos

Anexo I : Plan anual de calibraciones de equipos analizadores situados en estaciones.

Anexo II: Plan anual de calibraciones de equipos destinados a calibración.

COD:

AÑO	PLAN ANUAL DE CALIBRACIONES EQUIPOS SITUADOS EN LA ESTACIÓN Nº											Fecha:
EQUIPOS	ENERO	FEBRERO	MARZO	ABRIL	MAYO	JUNIO	JULIO	AGOSTO	SEPTIEMBRE	OCTUBRE	NOVIEMBRE	DICIEMBRE	PERIODO DE MANTENIMIENTO
Analizador NO/NO2 Nº Serie:													1 vez / 3 meses
Analizador SO2 Nº serie:													1 vez / 3 meses
Analizador PM10 Nº serie:													1 vez / 3 meses
Analizador PM 2,5 Nº serie:													1 vez / 3 meses
Analizador CO Nº serie:													1 vez / 3 meses
Analizador O3 Nº serie:													1 vez / 3 meses
Analizador BTX Nº serie:													1 vez / 3 meses
Sonda de temperatura PTC													2 veces / año

Nota: Indicar en cada casilla la fecha de calibración. El Responsable u Operario de Mantenimiento firmará en cada casilla una vez realizada la operación.

(esta página ha sido dejada intencionadamente en blanco)



COD:

AÑO	PLAN ANUAL DE CALIBRACIONES EQUIPOS DE CALIBRACIÓN												Fecha:
EQUIPOS	ENERO	FEBRERO	MARZO	ABRIL	MAYO	JUNIO	JULIO	AGOSTO	SEPTIEMBRE	OCTUBRE	NOVIEMBRE	DICIEMBRE	PERIODO DE MANTENIMIENTO
Calibrador multipunto-multiparámetro													1 vez/ año
Termómetro Patrón Nº													1 vez/ año
Termómetro Patrón Nº													1 vez/ año

Nota: Indicar en cada casilla la fecha de calibración. El Director de Calidad firmará en cada casilla una vez realizada la operación.

(esta página ha sido dejada intencionadamente en blanco)